

1. 制定/改正の別

制定

2. 産業標準案の番号及び名称

規格番号 JIS G 1224-1

規格名称 鉄及び鋼－アルミニウム定量方法－第1部：8-キノリノール沈殿分離臭素酸カリウム・チオ硫酸ナトリウム逆滴定法

3. 主務大臣

経済産業大臣

4. 制定・改正の内容等に関する事項**(1) 制定改正の必要性及び期待効果****【必要性】**

JIS G 1224:2001は、鉄及び鋼中のアルミニウム定量方法を規定したもので、2種類の定量方法を規定している。現行規格は、2001年に改正されて以降、約25年経過したが、この間、関係するJIS G 1201及びJIS K 8001が改正され、分析方法規格に要求される事項などが変化してきたため、技術的内容を見直す必要がある。

見直しにあたり、“複数の分析方法が規定されている規格を改正する場合には、分析方法ごとに部編成規格として制定する”とした、原案作成団体（日本鉄鋼連盟標準化センター 鋼材規格及び原料規格検討会）の統一見解に従い、新たに分析原理別に2分割して制定するものである。この規格は、“第1部：8-キノリノール沈殿分離臭素酸カリウム・チオ硫酸ナトリウム逆滴定法”として制定し、併せてJIS G 1224を廃止する。

【期待効果】

現行規格を分割制定することによって、規格使用者の利便性が高まるとともに、鉄鋼材料の成分組成が迅速かつ正確に評価され、効率的な産業活動に寄与することが期待できる。

(2) 制定の場合は規定する項目を、改正の場合は改正点

主な規定項目は、次のとおり。

- 1 適用範囲
- 2 引用規格
- 3 用語及び定義
- 4 一般事項
- 5 要旨
- 6 試薬
- 7 器具
- 8 試料のはかりとり
- 9 操作
- 10 空試験
- 11 計算
- 12 許容差

(3) 制定・改正の主旨**① 利点がある場合にその項目（コード等一覧参照）**

ア、イ

② 欠点があるとする項目に該当しないことを確認（コード等一覧参照）

確認

③ 国が主体的に取り組む分野に該当しているか、又は市場適合性を有しているか。

国が主体的に取り組む分野

④ 国が主体的に取り組む分野に該当する場合の内容

幅広い関係者が活用する統一的な方法を定める規格

⑤ 市場適合性を有している場合の内容**⑥ 市場適合性を明らかにする根拠、理由等（定量的なデータ等） ※⑤で「国際標準をJIS化するもの」とした場合は記入不要**

コード等一覧	
産業標準化の利点があると認める場合	ア. 品質の改善若しくは明確化、生産性の向上又は産業の合理化に寄与する。 イ. 取引の単純公正化又は使用若しくは消費の合理化に寄与する。 ウ. 相互理解の促進、互換性の確保に寄与する。 エ. 効率的な産業活動又は研究開発活動の基盤形成に特に寄与する。 オ. 技術の普及発達又は国際産業競争力強化に寄与する。 カ. 消費者保護、環境保全、安全確保、高齢者福祉その他社会的ニーズの充足に寄与する。 キ. 国際貿易の円滑化又は国際協力の促進に寄与する。 ク. 中小企業の振興に寄与する。 ケ. 基準認証分野等における規制緩和の推進に寄与する。 コ. その他、部会又は専門委員会が認める工業標準化の利点
産業標準化の欠点があると認める場合	ア. 著しく用途が限定されるもの又は著しく限られた関係者間で生産若しくは取引されるものに係るものである。 イ. 技術の陳腐化、代替技術の開発、需要構造の変化等によってその利用が縮小しているか、又はその縮小が見込まれる。 ウ. 標準化すべき内容及び目的に照らし、必要十分な規定内容を含んでいない。また、含んでいる場合であっても、その規定内容が現在の知見からみて妥当な水準となっていない。 エ. 当該案の内容及び既存のJISとの間で著しい重複又は矛盾がある。 オ. 対応する国際規格が存在する場合又はその仕上りが目前である場合であって、当該国際規格等との整合化について、適切な考慮が行われていない。 カ. 対応する国際規格が存在しない場合、当該JISの制定又は改正の輸入への悪影響について、適切な考慮が行われていない。 キ. 原案中に特許権等を含む場合であって、特許権者等による非差別的かつ合理的条件での実施許諾を得ることが明らかに困難である。 ク. 原案が海外規格（ISO及びIECが制定した国際規格を除く）その他他者の著作物を基礎とした場合、著作権に関する著作権者との調整が行われていない。 ケ. 技術が未成熟等の理由で、JISとすることが新たな技術開発を著しく阻害する恐れがある。 コ. 強制法規技術基準・公共調達基準との関係について、適切な考慮が行われていない。 サ. 工業標準化法の趣旨に反すると認められるとき。
国が主体的に取り組む分野に該当する場合	1. 基礎的・基盤的な分野 2. 消費者保護の観点から必要な分野 3. 強制法規技術基準、公共調達基準等に引用される規格 4. 国の関与する標準化戦略等に基づき国際規格提案を目的としている規格
市場適合性を有している場合	1. 国際標準をJIS化するなどの場合 2. 関連する生産統計等によって、市場におけるニーズが確認できる場合、又は将来において新たな市場獲得が予想される場合 3. 民間における第三者認証制度に活用されることが明らかな場合 4. 各グループ [生産者等及び使用・消費者又はグループを特定しにくいJIS(単位、用語、製図、基本的試験方法等)にあつては中立者] の利便性の向上が図られる場合

目 次

	ページ
1 適用範囲	1
2 引用規格	1
3 用語及び定義	1
4 一般事項	1
5 要旨	2
6 試薬	2
7 器具	3
8 試料のはかりとり	3
9 操作	3
9.1 試料溶液の調製	3
9.2 鉄などの分離除去	4
9.3 アルミニウムの沈殿分離	4
9.4 滴定	4
10 空試験	5
11 計算	5
12 許容差	5

まえがき

この規格は、産業標準化法第 14 条第 1 項の規定に基づき、認定産業標準作成機関である一般社団法人日本鉄鋼連盟（JISF）から、産業標準の案を添えて日本産業規格を制定すべきとの申出があり、経済産業大臣が制定した日本産業規格である。これによって、JIS G 1224:2001 は廃止され、その一部を分割して制定したこの規格に置き換えられた。

この規格は、著作権法で保護対象となっている著作物である。

この規格の一部が、特許権、出願公開後の特許出願又は実用新案権に抵触する可能性があることに注意を喚起する。経済産業大臣は、このような特許権、出願公開後の特許出願及び実用新案権に関わる確認について、責任はもたない。

JIS G 1224 規格群（鉄及び鋼－アルミニウム定量方法）は、次に示す部で構成する。

JIS G 1224-1 第 1 部：8-キノリノール沈殿分離臭素酸カリウム・チオ硫酸ナトリウム逆滴定法

JIS G 1224-2 第 2 部：鉄分離クロムアズロール S 吸光光度法

鉄及び鋼—アルミニウム定量方法—

第 1 部：8-キノリノール沈殿分離臭素酸カリウム・チオ硫酸ナトリウム逆滴定法

Iron and steel—Determination of aluminium— Part 1: Potassium bromate back titration by sodium thiosulfate after precipitation separation of 8-quinolinol complex

1 適用範囲

この規格は、鉄及び鋼中のアルミニウム定量方法のうち、8-キノリノール沈殿分離臭素酸カリウム・チオ硫酸ナトリウム逆滴定法について規定する。

この方法は、アルミニウム含有率（質量分率）0.1 % 以上 5 % 以下の定量に適用する。

注記 JIS G 1224 規格群の定量範囲を表 1 に示す。

表 1—JIS G 1224 規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%)]
JIS G 1224-1	0.1 以上 5 以下
JIS G 1224-2	0.000 5 以上 0.12 以下

2 引用規格

次に掲げる引用規格は、この規格に引用されることによって、その一部又は全部がこの規格の要求事項を構成している。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

JIS G 1201 鉄及び鋼—分析方法通則

JIS K 8001 試薬試験方法通則

3 用語及び定義

この規格で用いる主な用語及び定義は、JIS G 1201 の箇条 3（用語及び定義）による。

4 一般事項

定量方法に共通な一般事項は、JIS G 1201 による。

5 要旨

試料を塩酸及び硝酸で分解し、残さ（渣）を処理して主液に合わせる。4-メチル-2-ペンタノンで大部分の鉄などを抽出して分離する。硝酸及び過塩素酸で有機物を分解し、水酸化ナトリウムを加えて、鉄などを水酸化物として沈殿分離する。8-キノリノールを加え、生成するアルミニウム錯体の沈殿を分離して、塩酸に溶解する。一定量の臭素酸カリウム溶液及びよう化カリウム溶液を加えて、遊離したよう素をチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。

6 試薬

試薬は、次による。

6.1 塩酸

6.2 塩酸 (7+5, 1+1, 1+4, 1+10)

6.3 硝酸

6.4 過塩素酸

6.5 ふっ化水素酸

6.6 硫酸 (1+1)

6.7 王水 (塩酸 3, 硝酸 1)

6.8 アンモニア水 (1+1, 1+100)

6.9 水酸化ナトリウム溶液 (100 g/L, 10 g/L)

6.10 鉄 純度の高い鉄で、アルミニウム含有率（質量分率）が、0.001 %未満であることが保証されているもの。

6.11 過酸化水素 (1+9)

6.12 二硫酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$)

6.13 よう化カリウム溶液 (100 g/L) この溶液は、使用の都度、調製する。

6.14 L(+)-酒石酸溶液 (100 g/L)

6.15 8-キノリノール溶液 8-キノリノール 10 g をビーカー (500 mL) にとり、酢酸 30 mL を加えて溶解し、温水で液量を 500 mL とする。不溶解残さがある場合は、ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過分離して、室温まで冷却する。この溶液は、褐色瓶に入れて保存する。

6.16 4-メチル-2-ペンタノン

6.17 1/60 mol/L 臭素酸カリウム溶液 臭素酸カリウムを、2.783 g はかりとってビーカー (200 mL) に移し入れ、臭化カリウム 10 g 及び水約 100 mL を加えて溶解する。この溶液を、1 000 mL の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線までうすめる。

6.18 1/10 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 調製及び標定は、JIS K 8001 の JA.6.4 (滴定用溶液の調製、標定及び計算) の t) 2) [0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$: 24.82 g/L)] による。

6.19 メチルレッド溶液 調製は、JIS K 8001 の表 JA.6 [指示薬 (中和滴定用) の調製] による。

6.20 インジゴカルミン溶液 (1 g/L)

6.21 でんぷん溶液 調製は、JIS K 8001 の表 JA.7 [指示薬 (沈殿滴定用、酸化還元滴定用、錯滴定用など) の調製] による。

7 器具

器具は、次による。

7.1 白金るつぽ 容量 30 mL のもの。以下、るつぽという。

8 試料のはかりとり

試料のはかりとり量は、表 2 による。

表 2—試料のはかりとり量

アルミニウム定量範囲 [質量分率 (%)]				はかりとり量 g
0.1	以上	1	未満	1.5
1	以上	5	以下	0.50

9 操作

警告 過塩素酸の蒸気は、アンモニア、亜硝酸蒸気又は有機物が存在すると爆発する危険がある。過塩素酸の蒸発処理は、過塩素酸を使用しても安全な排気設備を備えた場所で行わなければならない。

9.1 試料溶液の調製

試料溶液の調製は、次による。

- 試料をはかりとってビーカー (300 mL) に移し入れる。
- 時計皿で覆って、王水 (6.7) 30 mL を加え、加熱して分解する。時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、引き続き加熱して液面に皮膜が生じるまで蒸発させる。
- 放冷した後、塩酸 (1+4) (6.2) 20 mL を加えて塩類を溶解し、溶液をろ紙 (5 種 C) を用いてろ過する。ろ紙及び残さは、温塩酸 (1+10) (6.2) で 2, 3 回、次に温水で 1, 2 回洗浄し、ろ液及び洗液は、ビーカー (300 mL) に受け、主液として保存する。
- ろ紙及び残さをるつぽ (7.1) に移し入れ、低温で加熱してろ紙を乾燥させる。さらに、約 800 °C で加熱してろ紙を灰化した後、放冷する。残さを硫酸 (1+1) (6.6) で湿し、ふっ化水素酸 (6.5) 5 mL を加え、穏やかに加熱して、ふっ化けい素及び三酸化硫黄を揮散させる。
- 放冷した後、二硫酸ナトリウム (6.12) 2.0 g を加え、加熱して残さを融解する。放冷した後、温水約 10 mL を加えて融成物を溶解し、c) で保存した主液に合わせ、試料溶液とする。

9.2 鉄などの分離除去

鉄などの分離除去は、次による。

- a) 9.1 で得た試料溶液を加熱して、液量が約 10 mL になるまで蒸発させる。室温まで冷却した後、溶液を塩酸 (7+5) (6.2) 10 mL を用いて分液漏斗 (100 mL) に移し入れ、4-メチル-2-ペンタノン (6.16) 20 mL を加えて、1 分間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離させた後、下層の水相を別の分液漏斗 (100 mL) に移し入れる。これに、4-メチル-2-ペンタノン 20 mL を加えて、1 分間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離させた後、下層の水相をビーカー (300 mL) に移し入れる。
- b) ビーカーを時計皿で覆って、加熱して大部分の 4-メチル-2-ペンタノンを揮散させた後、硝酸 (6.3) 5 mL 及び過塩素酸 (6.4) 10 mL を加え、再び加熱して過塩素酸の白煙を発生させる。

なお、クロムを含む試料の場合は、時計皿を少しずらして過塩素酸の白煙を発生させながら、塩酸 (6.1) 5 mL を少量ずつ、ビーカーの内壁に沿って注意深く加えて、大部分のクロムを二塩化二酸化クロムとして揮散させる。褐色の煙が発生しなくなるまで、塩酸の添加を繰り返す。

- c) 引き続き加熱して、液量が 2 mL ~ 3 mL となるまで蒸発させる。乾固させてはならない。放冷した後、温水約 30 mL を加えて塩類を溶解する。

なお、ニオブ又はタングステンを含む不溶解残さが生じた場合は、溶液をろ紙 (5 種 C) を用いてろ過する。ろ紙及び残さは、温塩酸 (1+10) で 2, 3 回、次に温水で 1, 2 回洗浄し、ろ液及び洗液は、ビーカー (300 mL) に受ける。ろ紙及び残さは、捨てる。

- d) c) の溶液に過酸化水素 (1+9) (6.11) 3 mL ~ 5 mL を加え、加熱して沸騰させて過酸化水素を分解する。水を加えて液量を約 100 mL とする。溶液をかき混ぜながら、水酸化ナトリウム溶液 (100 g/L) (6.9) 10 mL を加え、加熱して約 5 分間沸騰させ、残存する鉄などを沈殿させる。室温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、溶液をろ紙 (5 種 A) を用いてろ過する。ろ紙及び沈殿は、水酸化ナトリウム溶液 (10 g/L) (6.9) で 2, 3 回洗浄し、ろ液及び洗液は、ビーカー (300 mL) に受ける。ろ紙及び沈殿は、捨てる。

9.3 アルミニウムの沈殿分離

アルミニウムの沈殿分離は、次による。

- a) 9.2 で得た溶液にメチルレッド溶液 (6.19) 2, 3 滴を加え、塩酸 (1+1) (6.2) で中和し、更に、5 mL 過剰に加える。L(+)-酒石酸溶液 (6.14) 5 mL を加えた後、アンモニア水 (1+1) (6.8) を加えて微アルカリ性とし、50 °C ~ 60 °C に加熱する。かき混ぜながら 8-キノリノール溶液 (6.15) を、溶液中の予想アルミニウム量 1 mg 当たり 0.8 mL 滴加し、更に、2, 3 滴過剰に滴加する。再び、アンモニア水 (1+1) を滴加して微アルカリ性とし、50 °C ~ 60 °C に約 20 分間保って 8-キノリノールとアルミニウムとの沈殿を熟成させる。
- b) a) の溶液をろ紙 (5 種 B) を用いてろ過して、ろ紙及び沈殿を温アンモニア水 (1+100) (6.8) で洗液に黄色の着色が認められなくなるまで洗浄する。ろ紙及び沈殿を栓付きの共通すり合わせ三角フラスコ (300 mL) に移し入れ、温塩酸 (1+1) 50 mL を加え、沸騰しない程度に加熱して、ときどき振り混ぜて沈殿を完全に溶解した後、常温まで冷却する。

9.4 滴定

滴定は、次による。

- a) 9.3 で得た溶液に、インジゴカルミン溶液 (6.20) 2, 3 滴を加え、溶液をかき混ぜながら、ビュレットを用いて 1/60 mol/L 臭素酸カリウム溶液 (6.17) を滴加し、溶液の青が消える時点で滴加をやめる。インジゴカルミン溶液 1 滴を加え、溶液が黄色になることを確認した後、1/60 mol/L 臭素酸カリウム

溶液を 2 mL～3 mL 加えて、1/60 mol/L 臭素酸カリウム溶液の使用量 (mL) を正確に読み取る。

- b) よう化カリウム溶液 (6.13) 10 mL を加えて、速やかに共通すり合わせ三角フラスコに栓をする。約 1 分間放置した後、ビュレットを用いて、1/10 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 (6.18) を滴加して、溶液が淡黄色を呈したら、でんぷん溶液 (6.21) 5 mL を加え、更に 1/10 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液を滴加する。よう素でんぷんの青が消失した点を終点とし、1/10 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の使用量 (mL) を正確に読み取る。

10 空試験

試料の代わりに簡条 8 ではかりとった試料と同量の鉄 (6.10) をはかりとってビーカー (300 mL) に移し入れる。以降、9.1 の b)～e) 及び 9.2～9.4 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。9.1 で得た溶液を空試験液とする。

11 計算

計算は、次の式による。

$$Al = \frac{[(V_1 - F \times V_2) - (V_3 - F \times V_4)] \times 0.000\,225}{m} \times 100$$

- ここで、
- Al: 試料中のアルミニウム含有率 [質量分率 (%)]
 - F: 1/10 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 (6.18) のファクター
 - V₁: 試料溶液の滴定における 1/60 mol/L 臭素酸カリウム溶液 (6.17) の使用量 (mL)
 - V₂: 試料溶液の滴定における 1/10 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の使用量 (mL)
 - V₃: 空試験液の滴定における 1/60 mol/L 臭素酸カリウム溶液の使用量 (mL)
 - V₄: 空試験液の滴定における 1/10 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の使用量 (mL)
 - m: 簡条 8 ではかりとった試料の量 (g)

12 許容差

許容差は、JIS G 1201 の 7.3 (許容差が規定されていない場合の取扱い方) による。